



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

(11) 996411

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 05.06.81 (21) 3297353/23-04

(51) М. Кл.³

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

С 07 С 165/00/
С 08 F 30/00

Опубликовано 15.02.83, Бюллетень № 6

(53) УДК 547.314.
.213.07
(088.8)

Дата опубликования описания 15.02.83

(72) Авторы
изобретения

Б.А.Трофимов, Н.К.Гусарова, А.А.Татарникова, С.В.Амосова,
В.А.Потапов и В.И.Скоробогатова

(71) Заявитель

Иркутский институт органической химии Сибирского
отделения АН СССР

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИВИНИЛТЕЛЛУРИДА

Изобретение относится к способу получения дивинилтеллурида, который является перспективным мономером.

Известен способ получения дивинилтеллурида, заключающийся в том, что теллур подвергают взаимодействию с ацетиленом в присутствии щелочи и воды в среде полярного апротонного растворителя при 90-140° и давлении 10-20 атм. Выход целевого продукта не превышает 54% [1].

Недостатками этого способа являются относительно невысокий выход целевого продукта, побочное образование теллурофена, который, обладая близкой к целевому продукту температурой кипения, затрудняет его очистку. Кроме того, стадия выделения целевого продукта осложнена за счет использования вакуумной перегонки.

Цель изобретения - повышение выхода и качества целевого продукта, а также упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения дивинилтеллурида теллур подвергают взаимодействию с ацетиленом в присутствии щелочи, воды и хлористого олова при 90-120°С и давлении 10-15 атм.

Процесс предпочтительно проводят при молярном отношении хлористого олова к теллуру 1-1,5:1.

Выход целевого продукта 70-94%.
Оптимальное время реакции 10 ч, а молярное соотношение $Te: KOH: SnCl_2 = 1:6:1-1,5$. В наилучших условиях (110-120°С, молярное соотношение $Te: KOH: SnCl_2 = 1:6:1,3$) выход дивинилтеллура (ДВТ) достигает 94%.

В способе-прототипе выход целевого продукта рассчитан, исходя из предположения, что с ацетиленом реагирует Te^{-2} , образующийся в результате окислительно-восстановительной реакции: $4 Te^0 \rightarrow 3 Te^{-2} + Te^{+6}$. Если же пересчитать выход ДВТ в способе-прототипе с учетом того, что из 1 г-ат Te образуется 1 моль ДВТ, то он составляет 40%. Таким образом, данный способ фактически позволяет увеличить выход целевого продукта на 54% (более чем в два раза) по сравнению со способом-прототипом. В присутствии $SnCl_2$ реакция теллура с ацетиленом носит целенаправленный характер и не сопровождается образованием побочных продуктов. Данный способ позволяет также намного упростить по сравнению со способом-прото-

типом обработку реакционной смеси: непрореагировавший теллур (конверсия которого 78-90%) отфильтровывают, отделяют органический слой (по данным ГЖХ, ИК- и ПМР-спектроскопии он содержит 99% ДВТ) и перегонкой последнего при атмосферном давлении получают хроматографический чистый (99,99%) дивинилтеллурид.

Пример 1. 26,6 г Те, 67,2 г КОН, 49,2 г SnCl_2 и 300 мл воды нагревают при 110-120°C в однолитровом вращающемся автоклаве под давлением ацетилен (начальное давление 15 ати, всего подано 25 л ацетилена, остаточное давление 7 ати) в течение 10 ч. Реакционная смесь содержит непрореагировавший теллур, водный и органический слои. Теллур отфильтровывают (возвращено 2,5 г), органический слой отделяют (по данным ГЖХ, ИК- и ПМР-спектроскопии он содержит 99% ДВТ) и перегоняют при атмосферном давлении. Получают 30,7 г (выход 94% при конверсии Те 90%) ДВТ с чистотой 99,99%, т. кип. 131-132°C (720 мм), n_D^{20} 1,66120, d_4^{20} 1,7065.

Пример 2. 25,6 г Те, 67,2 г КОН, 36,9 г SnCl_2 и 300 мл воды нагревают при 110-120°C в однолитровом вращающемся автоклаве под давлением ацетилена (начальное давление 10 ати, всего подано 20 л ацетилена, остаточное давление 3 ати) в течение 10 ч. Непрореагировавший теллур (5,6 г) отфильтровывают, органический слой отделяют и фракционируют при атмосферном давлении. Получают 23,1 ДВТ (выход 82% при конверсии теллура 78%).

Пример 3. 25,6 г Те, 67,2 г КОН, 61,5 г SnCl_2 и 300 мл воды нагревают при 110-120°C в однолитровом вращающемся автоклаве под давлением ацетилена (начальное давление 14 ати, всего подано 24 л ацетилена, остаточное давление 7 ати) в течение 10 ч. Непрореагировавший теллур (3,4 г) отфильтровывают, органический слой отделяют и фракционируют при атмосферном давлении. Получают 22 г ДВТ (выход 70% при конверсии теллура 87%).

Пример 4. 25,6 г Те, 67,2 г КОН, 49,2 г SnCl_2 и 300 мл воды нагревают при 90-100°C в однолитровом вращающемся автоклаве под давлением ацетилена (начальное давление 12 ати, всего подано 20 л ацетилена, остаточное давление 5 ати) в течение 10 ч. Непрореагировавший теллур (5,1 г) отфильтровывают, органический слой отделяют и перегоняют при атмосферном давлении. Получают 23,9 г ДВТ (выход 82% при конверсии теллура 80%).

Таким образом в данном способе получения дивинилтеллурида на 54% (более чем в два раза) повышен выход целевого продукта, а также его чистота. Из числа реагентов исключены дорогие и недостаточно устойчивые в условиях известного способа растворители - ДМСО и ГМФТА (диметилсульфоксид и гексаметилфосфортриамид). Значительно упрощена технология процесса за счет исключения необходимых ранее стадий вакуумирования реакционной смеси и регенерирования растворителей, а также специальной очистки дивинилтеллурида от побочных продуктов.

Формула изобретения

1. Способ получения дивинилтеллурида взаимодействием теллура с ацетиленом при 90-120°C и давлении 10-15 ати в присутствии щелочи и воды, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода и качества целевого продукта и упрощения процесса, последний проводят в присутствии хлористого олова.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что хлористое олово используют в молярном отношении к теллуру 1-1,5:1.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе
1. Авторское свидетельство СССР № 660974, кл. С 07 F 11,00, 1977 (прототип).

Составитель Т. Левашова

Редактор И. Митровка Техред М. Гергель

Корректор С. Цекмар

Заказ 836/36

Тираж 416

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4